

**PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**(11)Publication number : **07-086035**(43)Date of publication of application : **31.03.1995**

(51)Int.Cl.

**H01F 10/14  
C22C 38/00  
G11B 5/31**(21)Application number : **05-224439**(71)Applicant : **AMORPHOUS DENSHI DEVICE KENKYUSHO:KK**(22)Date of filing : **09.09.1993**(72)Inventor : **FURUKAWA SHINJI  
ONUMA SHIGEHIO  
MATSUMOTO FUMIO  
FUJIMORI HIROYASU  
MASUMOTO TAKESHI****(54) UNIAXIAL MAGNETIC ANISOTROPY THIN FILM**

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a uniaxial magnetic anisotropy thin film, which is a soft magnetic thin film, which is high in both of electric resistance and saturation magnetization, and is superior in high-frequency characteristics.

CONSTITUTION: The composition of a uniaxial magnetic anisotropy thin film is shown by a general formula:  $\text{Fe}_{100-x-y-z}\text{M}_x\text{N}_y\text{L}_z$  (an atomic %), the M is one kind of the element or two kinds or more of the elements which are selected from among Be, B, Mg, Al, Si, Ca, Ti, Y, Zr, Mo, In, Sn, Cs, Ba, La, Hf, Ta, Bi, Pb and W, the L is one kind of the element, which is selected from between O and F, or two kinds of the elements of O and F, the respective atomic ratios of the M and the L are set on the conditions of  $5 \leq x \leq 25$ ,  $0 \leq y \leq 15$ ,  $15 \leq z \leq 35$  and  $28 \leq x+y+z \leq 50$  and the crystal structure of the uniaxial magnetic anisotropy thin film is chiefly a constitution, which consists of a bcc-Fe structure and an oxide phase or a fluoride phase consisting of the M.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 21.02.1994

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2554444

[Date of registration] 22.08.1996

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right] 22.08.2002

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## DETAILED DESCRIPTION

## [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] This invention relates to the electric specific resistance which has soft magnetic characteristics excellent in the RF region, and the big uniaxial-magnetic-anisotropy thin film of saturation magnetization.

[0002]

[Description of the Prior Art] In recent years, efforts to raise the clock frequency of electronic equipment are performed briskly. However, there was nothing that has property sufficient in a RF region for the known magnetic material used for a transformer, an inductor or the magnetic head, etc., therefore use in the RF region of these components had many limits. Generally, if it becomes a RF region 1MHz or more, big loss will generate the magnetic material itself according to the flowing eddy current. Since the magnetic material of a metal system had small electric resistance, it was difficult for eddy current loss to use it greatly in a RF region. On the other hand, since oxide system magnetic materials, such as a ferrite and a garnet, have the very high electric resistance of the ingredient itself, it is comparatively hard to generate the loss by the eddy current. However, it was hard to obtain what has big permeability, and since saturation magnetic flux density was small, the natural resonance frequency was low, and use in a RF region had many limits.

[0003] The expectation for a magnetic material with a good RF property with high and saturation magnetic flux density is great, and the approach of making high the electric resistance of a metal system magnetic material until now is proposed. The method of obtaining a metal and the amorphous alloy film which ceramics distributed by coincidence sputtering of ceramics is proposed by JP,60-152651,A. Further For example, J.Appl.Phys.63(8), 15 April 1988 The Fe-B4 C system distribution film is Co<sub>0.4</sub> Fe<sub>0.4</sub> B<sub>0.2</sub>-SiO<sub>2</sub> to J.Appl.Phys.67(9) and 1 May 1990. The system distribution film is shown as what is compatible in high specific resistance and soft magnetic characteristics. Moreover, it is shown to JP,4-142710,A by thick monolayer that soft magnetic characteristics are obtained by using as a magnetic layer 0.1 micrometers or less the Co<sub>0.95</sub>Fe<sub>0.05</sub>-BN system distribution film with which good soft magnetic characteristics are not obtained, and soft magnetic characteristics are obtained also for the thick film by carrying out the laminating of this thin film on both sides of a nonmagnetic interlayer.

[0004] On the other hand, it is N2. O2 The method of obtaining the high amorphous alloy film of electric specific resistance by reactive sputtering by gas is indicated by JP,54-94428,A. Moreover, it is N2 to the creation time of a thin film. If gas is added, it is found out by many alloy systems that effectiveness is in an improvement of soft magnetic characteristics, for example, it is indicated by IEEE TRANS.ON MAG.MAG-20 1451 (1984).

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] It is called for that both the magnetic materials used in a RF region have high electric resistance and saturation magnetization. Moreover, in order to make degradation of the soft magnetic characteristics by processing distortion etc. into the minimum, it is desirable for the magnetostriction constant of a material to be close to zero as much as possible. However, Fe / B4 C system distribution film and Co<sub>0.4</sub> Fe 0.4B<sub>0.2</sub> which are reported from the former / SiO<sub>2</sub> Each system distribution film had ten to five or more forward, very big magnetostriction, although it was shown that soft magnetic characteristics are excellent in the case of an amorphous phase. On the other hand, although the Co<sub>0.95</sub>Fe<sub>0.05</sub>/BN system distribution film was developed in order to be compatible in zero magnetostriction and high resistance, by thick monolayer 0.1 micrometers or more, as for this system, a saturation field and coercive force did not show soft magnetism greatly. Then, although it was shown that soft magnetism is acquired by carrying out a laminating through a non-magnetic layer, on the other hand, this made the saturation magnetization of the whole film decrease, and included the trouble that a process also became complicated.

[0006] Developing soft magnetic materials with a small magnetostriction constant on the other hand by making crystal grain of Fe radical alloy detailed in recent years is examined briskly. For example, Fe alloy which the carbide of Zr or Ta distributed is obtained, and it is shown by by carrying out heat-of-crystallization processing of the amorphous phase produced by sputtering at JP,3-112104,A that saturation magnetostriction is small excellent also in soft magnetic characteristics. Although it was shown in this alloy thin film that the specific resistance of 100 - 200microomegacm is obtained by adding aluminum further, in order to control the eddy current loss in a RF region, it could not say that it was enough, and the thing of high specific resistance also had the trouble that saturation magnetic flux density was small. Furthermore, although use was presented with these thin films through the process which carries out heat-of-crystallization processing of the amorphous

alloy thin film, since an elevated temperature [ heat treatment temperature / this ] as 500 degrees C or more, they were not able to be used for a component unexposable to a substrate without thermal resistance, or an elevated temperature.

[0007] On the other hand, in order to obtain detailed crystal grain in the condition immediately after membrane formation, the approach of forming Fe radical alloy in the ambient atmosphere containing N or O is indicated by JP,3-120339,A etc. However, the electric specific resistance of the thin film obtained by these approaches was not so big as it could control the eddy current loss in a RF region. Moreover, in the collection p84 (143) of the 1993 112nd Japan Institute of Metals spring convention lecture outlines per year, it is a FeHf alloy O2 Although it was shown that the amorphous alloy thin film electric specific resistance excelled [ thin film ] in soft magnetic characteristics highly by carrying out sputtering in the ambient atmosphere to include may be produced, there was no publication about magnetostriction.

[0008] By the way, the big cause of generating magnetic core loss in a RF region has the resonance loss other than eddy current loss which was mentioned above. This resonance loss is controlled, so that saturation magnetic flux density and an anisotropy field are high. Although big Fe radical alloy of this point to saturation magnetic flux density was promising as a magnetic core for RFs, the ingredient which has sufficient RF property was not reported until now from it having been difficult to enlarge an anisotropy field compared with Co radical etc.

[0009] As mentioned above, electric specific resistance was large, magnetostriction was small, and the magnetic-thin-film ingredient for RFs which has soft magnetic characteristics also with thick good monolayer was called for. This invention was made in view of the above-mentioned point, and aims at offering the electric specific resistance which has soft magnetic characteristics excellent in the RF region, and the big uniaxial-magnetic-anisotropy thin film of saturation magnetization.

[0010]

[Means for Solving the Problem and its Function] Electric specific resistance is high by the compound distribution film of the ceramics of an oxide system, and bcc-Fe, and magnetostriction is small, and this invention persons are 0.1 micrometers, as a result of trying hard wholeheartedly in view of the above-mentioned situation. It found out that soft magnetic characteristics also with the above thick good monolayer were obtained. Furthermore, it found out that uniaxial magnetic anisotropy could be given by forming these thin films under a direct-current field. In the conventional Fe system magnetic thin film, the anisotropy field at this time was so large that it was not considered, and also had the thing exceeding 100Oe. These film finds out having the outstanding description that a natural resonance frequency is very high because of a big anisotropy field, and at least several 100MHz or more of soft magnetic characteristics does not deteriorate, and results in this invention.

[0011]

[Example] Hereafter, the example of this invention is explained, adding the comparison with the conventional compound distribution film etc. BN, SiC, and SiO<sub>2</sub> etc. -- if it observes in a detail with a transmission electron microscope etc., the crystalline structure of the shape of a characteristic network will be found out in the condition as it is after membrane formation by the film produced by carrying out sputtering of the metals, such as ceramics, Fe, and Fe alloy, at coincidence. As for the grain boundary phase which is mainly concerned with a ceramic covering the cluster of the amorphous substance which is mainly concerned with a metal, or a crystalline substance, and this showing electric 2 to 104 times higher specific resistance compared with a metal thin film usual in these film, this organization is the main factor. this invention persons considered in the detail the effect the combination of Fe and ceramics affects the membranous crystal structure and magnetic properties. As a result, the following things were newly found out. The film with the amorphous cluster after membrane formation shows high electrical-and-electric-equipment specific resistance, soft magnetism, and the forward big magnetostriction on 10<sup>-5</sup>, and this inclination does not depend on the class of ceramics. On the other hand, when a cluster is a crystalline substance, the class of ceramics influences magnetic properties greatly. That is, the film which is a crystalline substance where membranes are formed in the case of the compound distribution film which consists of nitrides and carbide, such as BN and SiC, does not show soft magnetism. Although soft magnetism is shown, a saturation magnetostriction constant decreases with crystallization and the thin film which heat-treated the amorphous phase and the cluster crystallized to the bcc-Fe phase on the other hand is improved by ten to six sets, even if it heat-treats in the big field of 1 or more kOes, it is hard to give uniaxial magnetic anisotropy, therefore a RF property is not enough. For example, Fe-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> In a system, uniaxial anisotropy is lost in the process crystallized from an amorphous substance. Moreover, even when a Fe-AlN system thin film is amorphous, only the film also with both the isotropic crystal film after heat treatment is obtained. In RF region several 10MHz or more, uniaxial magnetic anisotropy bears a more serious role than electric specific resistance. That is, the small thing of an anisotropy field has a low natural resonance frequency, and since distribution of an anisotropy field also tends to become large, serves as high loss and is not suitable for use in a RF region.

[0012] The film with which, as for the compound distribution film which consists of Fe, an oxide, or a fluoride, the cluster became a bcc-Fe phase shows soft magnetism good form [ membranes ] to it. The following and Fe-SiO<sub>2</sub> A system is explained as an example. SiO<sub>2</sub> Many film becomes amorphous like a carbide system or a nitride system, and shows soft magnetic characteristics. Moreover, SiO<sub>2</sub> Although little film serves as a crystalline substance, the film which mainly consists of a bcc-Fe phase shows soft magnetism in the condition [ having formed membranes ]. The saturation magnetostriction of these film is [ both ] small compared with the amorphous film of a carbide system or a nitride to the order of +10<sup>-6</sup>, and the film which makes especially bcc-Fe the main phase is as small as +3x10 to about six enough. Moreover, unlike a nitride system or a carbide system, uniaxial magnetic anisotropy can be easily added by adding a static magnetic field during membrane formation by these film, and the anisotropy field at this time is 15 with the amorphous film. Especially with the film which makes bcc-Fe the main phase with Oe extent although it is not big, it is very large and is 100. There is also a thing exceeding Oe. The example acquired with soft magnetic characteristics excellent in a big saturation field

like this was not reported until now. Since the saturation magnetic flux density of this film is as large as 10-18kG, a theoretical natural resonance frequency is set to 2GHz or more, 100 - 1000microomegacm and since electric specific resistance is also large, there is also little eddy current loss, and it is very excellent in a RF property. Thus, it is Fe-SiO<sub>2</sub> that the film which makes bcc-Fe the main phase shows soft magnetism and a big anisotropy. It was not restricted to a system and accepts to the compound distribution film which consists of ceramics of Fe, an oxide system, or a fluoride system generally. It is brought by the above knowledge and this invention is "general formula. It is shown by  $Fe_{100-x-y-z} M_x N_y L_z$  (atomic %). M is one sort or two sorts or more of elements chosen from among Be, B, Mg, aluminum, Si, calcium, Ti, Y, Zr, Mo, In, Sn, Cs, Ba, La, Hf, Ta, Bi, Pb, and W. L is one sort or two sorts of elements chosen from among O and F. Each rate of an atomic ratio  $5 \leq x \leq 250 \leq y \leq 1515 \leq z$  it is  $\leq 3528 \leq x+y+z \leq 50$ , the crystal structure mainly consists of the oxide phase or fluoride phase of bcc-Fe structure and M, and it is characterized by an anisotropy field being 25 or more Oes - high -- soft magnetism thin film [ \*\*\*\* ]. " -- it considers as the main point.

[0013] The thin film of this invention has [ ceramic ] the network structure which the grain boundary phase with which it is mainly concerned covered in the cluster of a metallic crystalline substance. It is clear that it is M element and the alloy of Fe on which it depended for the presentation of this grain boundary to the presentation of a ceramics target strongly and to which the metal cluster was also given not from Fe simple substance but from the ceramics target by phase analysis, such as XPS. That is, if a ceramics target is changed, also in a metal cluster phase and grain boundary phase, a presentation will change a lot. However, if M is chosen from from in this invention among Be, B, Mg, aluminum, Si, calcium, Ti, Y, Zr, Mo, In, Sn, Cs, Ba, La, Hf, Ta, Bi, Pb, and W, soft magnetic characteristics can be obtained. This could understand that the cause of the soft magnetic characteristics in the thin film of this invention explains as follows. That is, the bcc-Fe phase which has high crystal symmetry nature has grain growth barred for the network structure of a ceramics grain boundary, and serves as a microcrystal. A FeNbCuSiB alloy etc. is sufficient as the bcc-Fe alloy which consists of a microcrystal of moderate magnitude showing soft magnetic characteristics, since the magnetic anisotropy of each microcrystal is canceled, and it is known. In the thin film of this invention, he is committing the grain boundary phase as a "frame" which mainly holds a bcc phase, and it can also be understood alloying of a metal phase and that there is no presentation dependency if it thinks that soft magnetic characteristics are discovered as long as a bcc phase is maintained. Therefore, in this invention, the presentation of M and L is mainly prescribed by formation of the network structure of a grain boundary. In order to make the network structure, M is required more than pentatomic %, and since saturation magnetic flux density becomes small too much when soft magnetism cannot be acquired but 25 atom % is exceeded, less than 5% of case is not desirable. Although an amount changes with the amounts and classes of M, since L cannot make the network structure under from 15 atom %, it is not desirable, and since soft magnetism will deteriorate or unusual loss will occur in a RF region if 35 atom % is exceeded, it is not desirable. On the other hand, it is satisfactory even if it will dissolve other elements, if the cluster can be maintaining bcc-Fe structure. Even if it changes Fe target into Fe alloy target, this shows that soft magnetic characteristics are obtained, while not restricting the class of ceramics target. If the amount of permutations is less than 70% which can maintain bcc structure even if it permutes Fe by Co, soft magnetic characteristics are obtained and saturation magnetic flux density can actually be enlarged. If it is the range which does not check bcc structure for the same reason even if it is other elements, adding to Fe is included in the range of this invention. On the other hand, in this invention, N does the very important operation which is not in other elements. As one of them, in order that N may act also as an amorphous formation element, making it amorphous by addition exceeding 25 atom % is mentioned. In this case, since about [ that a saturation magnetostriction constant becomes the big thing which surpasses  $10^{-5}$  ], and a perpendicular magnetic anisotropy occurs, soft magnetism is lost. Moreover, in the range below 25 atom % by which soft magnetism is maintained, an anisotropy field decreases as the amount of N increases. Therefore, the magnitude of an anisotropy field is controllable by the thin film of this invention with the presentation of N in the film. The magnetization process by rotation magnetization is dominant, and permeability is mainly in inverse proportion to an anisotropy field in a high frequency band in that case. Therefore, it is very effective that an anisotropy field can be adjusted in suitable magnitude. however -- if N exceeds 15 atom % -- etc. -- since it becomes \*\*\*\* and the description of this invention is lost, it is not suitable. In order to acquire the big uniaxial magnetic anisotropy of 25 or more Oes in this invention, as for N concentration in the film, it is desirable to carry out to below 13 atom %. Addition of N in the film can be adjusted also by adding the gas which contains N in sputtering gas, although it can carry out even if it adds the target of a nitride. What is necessary is for the substrate temperature at the time of membrane formation, spatter \*\*, an impression field, etc. to be able to adjust an anisotropy field besides addition of N mentioned above in this invention, and just to choose membrane formation conditions suitably, taking the frequency and permeability to be used into consideration.

[0014] Hereafter, this invention is explained in more detail using a concrete example.

SiO<sub>2</sub> whose purity is 99.9% so that coverage may become 30% for the [example -1] diameter of 4 inches on Fe disk whose purity is 99.9% It is Fe-SiO<sub>2</sub> by carrying out RF sputtering of the multicomponent target which installed the plate in the flabellate form. The thin film was produced. Membrane formation conditions were set up as shown in the following table -1.

[0015] Table-1 spatter pressure  $1.0 \times 10^{-2}$  Torr injection power Whenever [ 90 W set board temperature ] 20 degrees C (water cooling)

Substrate Corning #7059 0.5mm thickness in thickness 2.4-micrometer sputtering gas flow rate Ar 10CCM impression field One pair of permanent magnets (40 Oe)

The obtained sample identified the organization by X-ray diffractometer RAD[ by the physical science electrical-and-electric-equipment company ]-3A. A result is shown in drawing 2 . The broadcloth diffraction peak corresponding to the field

(110) of bcc-Fe in 2theta is observed near 44 degree. Next, the result of next having gazed at the detailed tissue of a thin film by transmission electron microscope [ by Hitachi, Ltd. ] H-9000 NAR is shown in drawing 3 . The organization of the shape of a network which consists of a cluster whose particle size is about 50A, and a grain boundary whose thickness is several angstroms is seen, and it is admitted that this thin film consists of two phases. Furthermore, an electron diffraction graphic form to these are a bcc-Fe phase and SiO<sub>2</sub>. It was checked that it is the similar compound phase. When the presentation of the whole film was analyzed with the Rutherford backscattering method, the presentation was Fe<sub>64</sub>Si<sub>11</sub>O<sub>24</sub> (atomic %). next, the product made from ARUBAKKUFAl -- X-ray-spectroscopic-analysis equipment ESCA-5600 performed phase analysis of each element. It combines with the thing and O which combine with Fe and form the metal phase in Si from the peak profile of the binding energy of Si2p, and is SiO<sub>x</sub>. Although the phase was formed, it turned out that there are two kinds of conditions. Thus, the obtained thin film is SiO<sub>x</sub> with the metal phase like an amorphous substance which is mainly concerned with FeSi used as the bcc crystal structure. It was checked that he is the detailed organization covered with the phase. Next, direct-current magnetic properties were measured by sample oscillatory type magnetometer BHV[ by the Riken electronic company ]-30SS. A result is shown in drawing 4 . Two data in drawing expresses the result excited and measured in the impression direction of the field at the time of membrane formation at parallel (/) and a perpendicular (⊥). The sample has the uniaxial magnetic anisotropy from which the direction of a field impressed at the time of membrane formation becomes parallel [ an easy axis ], and the anisotropy field (H<sub>k</sub>) is 83. It was very as large as Oe. For the coercive force (H<sub>c</sub>) of a sample, easy shaft orientations (H<sub>ce</sub>) are 2.0. Oe and difficult shaft orientations (H<sub>ch</sub>) are 0.4. It is as small as Oe enough and the fact that the linearity of a hysteresis curve is also good shows [ of anisotropy distribution ] that it is [ a thing ] few. Moreover, saturation magnetic flux density (B<sub>s</sub>) is fully as large as 15.2kG(s). When the electric specific resistance (rho) of this film was measured by the direct-current 4 terminal method, even if compared with 285microomegacm and the usual amorphous alloy, it was 2 to 3 times higher. Next, the frequency characteristics of the permeability of difficult shaft orientations were measured by the parallel line method by network analyzer 4195made from YOKOGAWA Hewlett Packard A. The detailed explanation about this approach is the Magnetics Society of Japan, Vol.17, No.2, and p497. (1993) It is indicated. The result was shown in drawing 5 . Although the film was quite thick, the good frequency characteristics which do not deteriorate to 500MHz were shown. It is obtained from saturation magnetic flux density, an anisotropy field, and the electric specific resistance of this thin film being high, and there being little turbulence, and this being homogeneous. These properties were close to the theoretical value calculated from B<sub>s</sub>, H<sub>k</sub>, rho, and thickness by the Magnetics Society of Japan, Vol.15, No.2, and the approach currently indicated by p327 (1991).

[0016] next, the saturation magnetostriction constant of this film -- the Naruse science machine company make -- optical-lever mold saturation magnetostriction measuring device MS-7 -- 100 It measured under the magnetic field of Oe. Since it was very difficult to survey membranous Young's modulus in this measurement, it is 12x10<sup>3</sup> kg/mm<sup>2</sup> of a FeSiB thin band as the value. It adopted and calculated. Consequently, magnetostriction showed the very small value of 1 / 5 - 1/10 compared with the amorphous alloy of +3.0x10<sup>-6</sup> and the conventional Fe radical etc.

It is Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> so that coverage may become 40% for the [example -1 of comparison] diameter of 4 inches on Fe disk whose purity is 99.9%. The thin film was produced by carrying out RF sputtering of the plate using the multicomponent target installed in the flabellate form. Other membrane formation conditions were set up as shown in the following table -2.

[0017] Table-2 spatter pressure 1.0x10<sup>-2</sup> Torr injection power Whenever [ 90 W set board temperature ] 20-degree-C substrate Corning #7059 0.5mm thickness in thickness 0.8-micrometer sputtering gas flow rate Ar 10CCM impression field One pair of permanent magnets (40 Oe)

The obtained thin film was a bcc-Fe phase like the example -1, as shown in drawing 6 . When the membranous presentation was analyzed with the Rutherford backscattering method, it was Fe<sub>65</sub>Si<sub>21</sub>N<sub>14</sub> (atomic %). The direct-current magnetic hysteresis curve by VSM of this thin film is shown in drawing 7 . For a sample, coercive force is 14. It was as large as Oe and neither soft magnetic characteristics nor uniaxial magnetic anisotropy was shown. In addition, 100 Since magnetization was not saturated with Oe, the saturation magnetostriction constant was not able to be measured.

At the membrane formation conditions of the [example -2] example -1, it is N<sub>2</sub> to sputtering gas. The Fe-SiO<sub>2</sub>-N film was created adding. Obtained measurement of the membranous crystal structure and an electromagnetic property was performed like the example -1. The membranous component analysis was analyzed with the Rutherford backscattering method. N in the film is N<sub>2</sub>. It increased as the gas stream quantitative ratio became large. The relation between N concentration in the film and an anisotropy field H<sub>k</sub> is shown in drawing 1 . It decreased as N concentration of H<sub>k</sub> increased, and when 15 atom % was exceeded, it became isotropic.

At the same conditions as the [example -2 of comparison] example -2, it is N<sub>2</sub> of sputtering gas. The film was created having used the addition ratio as 10%. The X-ray diffraction pattern of the obtained film is shown in drawing 8 . The presentation of the film analyzed with the Rutherford backscattering method was 26 (atomic %) 9O15Ns of Fe<sub>49</sub>Si. Since a halo [ broadcloth / near about 40 degree ] is seen and there is no other peak, it turns out that it is amorphous structure. The direct-current magnetic hysteresis curve of this film is shown in drawing 9 . Coercive force is 18. A saturation field is 252 at Oe. Soft magnetic characteristics were not obtained very greatly with Oe. Although heat treatment to 500 degrees C among a field was furthermore performed to this film, magnetic properties have not improved.

[0018]

[Effect of the Invention] As stated above, according to this invention, the thin film material which was excellent in the RF property can be offered with a soft magnetism thin film with both high electric resistance and saturation magnetization. Since the anisotropy field of the thin film of this invention is large, its resonance frequency is high, and it can maintain a good

property to a very high frequency. Moreover, since the value of permeability does not change to an anisotropy field, a  
\*\*\*\*\* property is shown, and the thing excellent in the direct-current superposition property can be offered. Since a  
saturation magnetostriction constant is still smaller at ten to six sets, effect of processing distortion etc. can be made into a  
small thing, and the industrial meaning is large.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

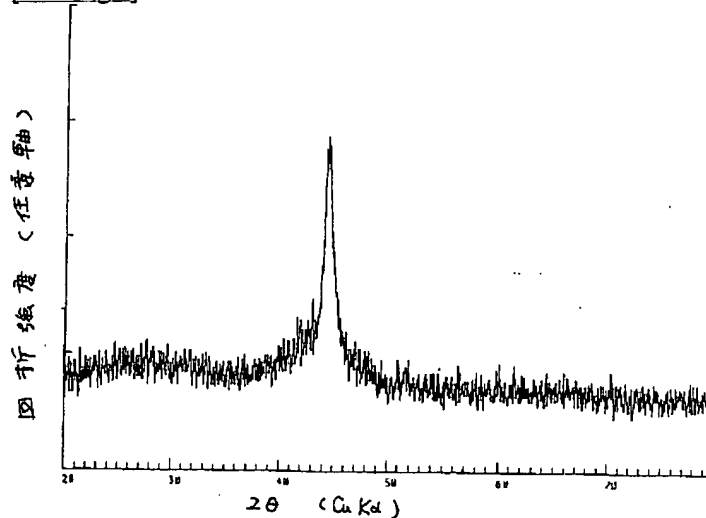
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

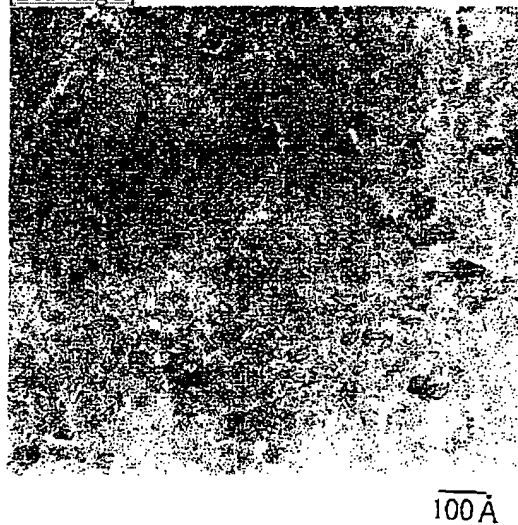
DRAWINGS

---

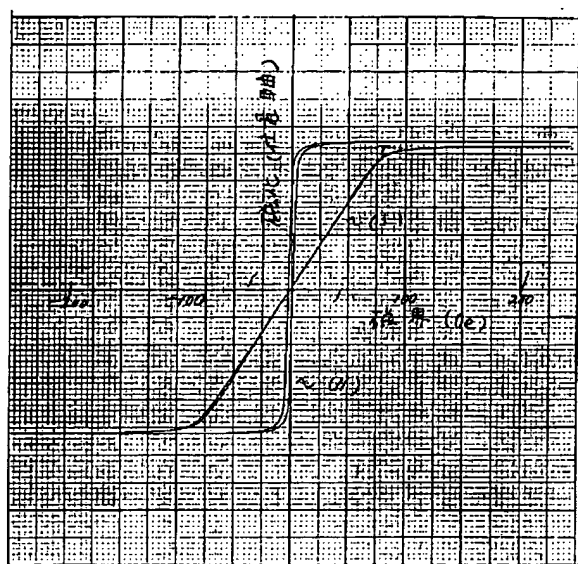
[Drawing 1]



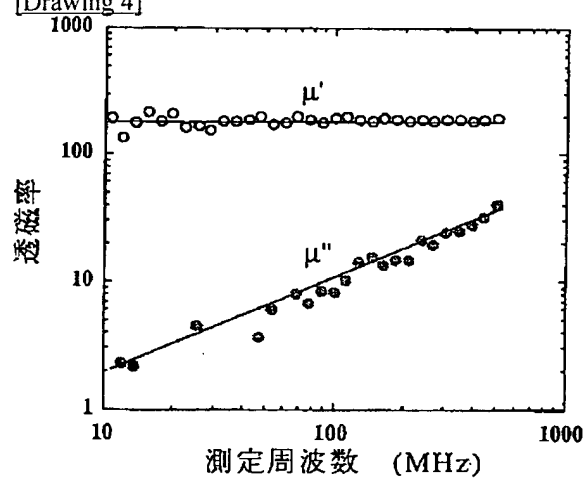
[Drawing 2]



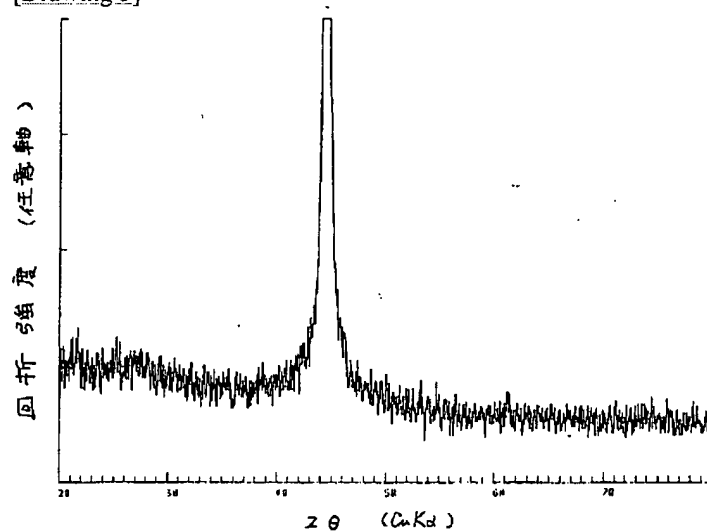
[Drawing 3]



[Drawing 4]

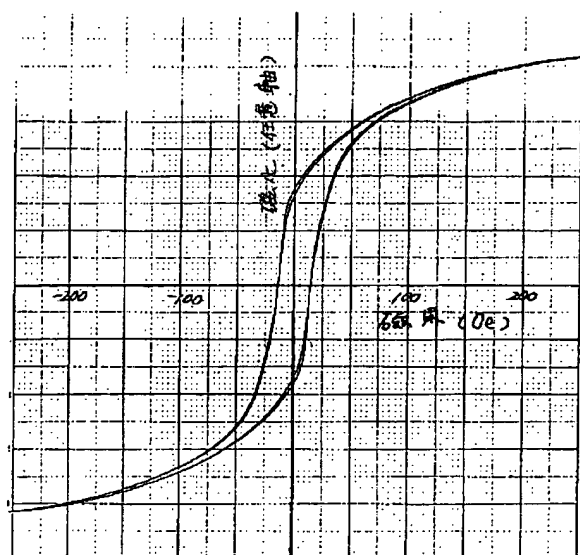


[Drawing 5]

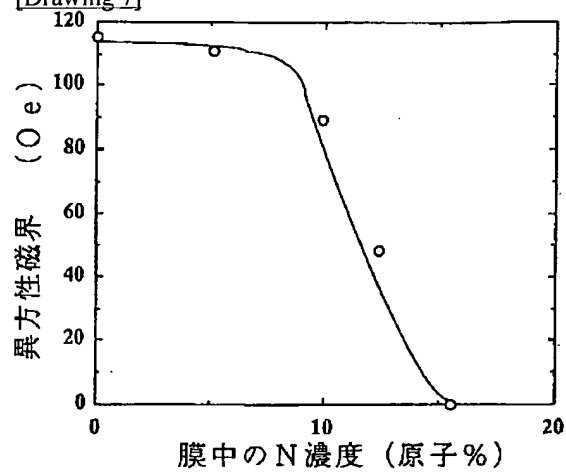


[Drawing 6]

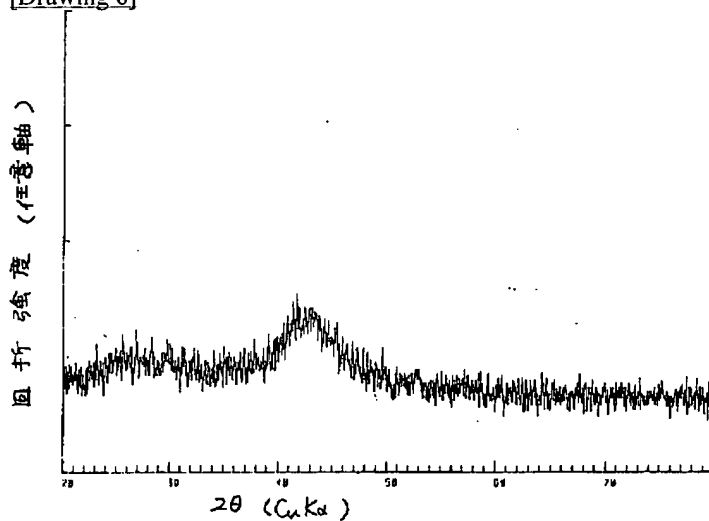




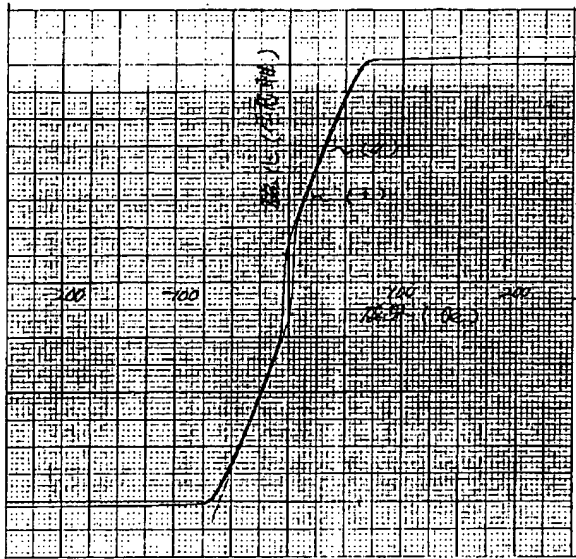
[Drawing 7]



[Drawing 8]



[Drawing 9]



[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-86035

(43) 公開日 平成7年(1995)3月31日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 F 10/14				
C 2 2 C 38/00	3 0 3	S		
G 1 1 B 5/31		C 9187-5D		

審査請求 有 請求項の数 5 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平5-224439

(22) 出願日 平成5年(1993)9月9日

(71) 出願人 000126942

株式会社アモルファス・電子デバイス研究  
所  
宮城県仙台市青葉区南吉成6丁目6番地の  
3

(72) 発明者 古川 伸治

宮城県仙台市青葉区南吉成6丁目6番地の  
3 株式会社アモルファス・電子デバイス  
研究所内

(74) 代理人 弁理士 鈴江 武彦

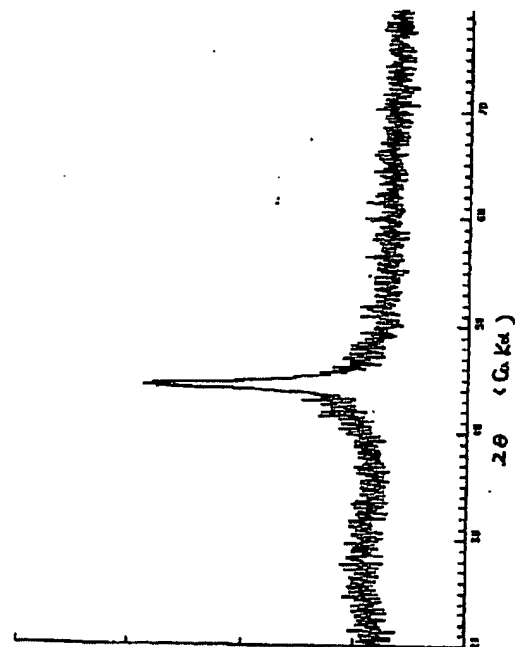
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 一軸磁気異方性薄膜

(57) 【要約】

【目的】 本発明は、電気抵抗と飽和磁化が共に高い軟磁性薄膜で、高周波特性の優れた一軸磁気異方性薄膜を提供することを目的とする。

【構成】 本発明は、一般式  $Fe_{100-x-y-z} M_x N_y L_z$  (原子%) で示され、MはBe, B, Mg, Al, Si, Ca, Ti, Y, Zr, Mo, In, Sn, Cu, Ba, La, Hf, Ta, Bi, Pb, Wのうちから選択される1種または2種以上の元素であり、LはO, Fのうちから選択される1種または2種の元素であり、それぞれの原子比率が、 $5 \leq x \leq 25$ ,  $0 \leq y \leq 15$ ,  $15 \leq z \leq 35$ ,  $28 \leq x+y+z \leq 50$  であり、その結晶構造が主にbcc-Fe構造とMの酸化物相あるいはフッ化物相からなることを特徴とする。



(特許公報) 図 1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式  $Fe_{100-x-y-z} M_x N_y L_z$  (原子%) で示され、MはBe, B, Mg, Al, Si, Ca, Ti, Y, Zr, Mo, In, Sn, Cs, Ba, La, Hf, Ta, Bi, Pb, Wのうちから選択される1種または2種以上の元素であり、LはO, Fのうちから選択される1種または2種の元素であり、それぞれの原子比率が、

$$5 \leq x \leq 25$$

$$0 \leq y \leq 15$$

$$15 \leq z \leq 35$$

$$28 \leq x+y+z \leq 50$$

であり、その結晶構造が主にbcc-Fe構造とMの酸化物相あるいはフッ化物相からなることを特徴とする一軸磁気異方性薄膜。

【請求項2】 Feの70%未満がCoで置換されていることを特徴とする請求項1記載の一軸磁気異方性薄膜。

【請求項3】 上記膜がネットワーク状の微細組織を有することを特徴とする請求項1記載の一軸磁気異方性薄膜。

【請求項4】 上記膜が成膜後そのままで結晶質であることを特徴とする請求項1記載の一軸磁気異方性薄膜。

【請求項5】 上記膜の異方性磁界が250e以上であることを特徴とする請求項1記載の一軸磁気異方性薄膜。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は高周波域で優れた軟磁気特性を有する電気比抵抗および飽和磁化の大きな一軸磁気異方性薄膜に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 近年、電子機器の動作周波数を高める努力が盛んに行われている。しかし、トランスやインダクターあるいは磁気ヘッドなどに用いられている既知の磁性材料には高周波域で充分な特性を有するものはなく、従ってこれら部品の高周波域での使用には制限が多かった。一般に、1MHz以上の高周波域になると磁性材料自体を流れる渦電流により大きな損失が発生する。金属系の磁性材料は電気抵抗が小さいために渦電流損失が大きく高周波域で使用することは困難であった。一方、フェライトおよびガーネットなどの酸化物系磁性材料は材料自体の電気抵抗が非常に高いため、渦電流による損失は比較的発生しにくい。しかし、透磁率の大きなものが得にくく、かつ飽和磁束密度が小さいために自然共振周波数が低く、高周波域での使用には制限が多かった。

【0003】 飽和磁束密度が高く、かつ高周波特性の良好な磁性材料に対する期待は大きく、これまでに金属系磁性材料の電気抵抗を高くする方法が提案されている。例えば、金属とセラミックスの同時スパッタリングにより

セラミックスが分散した非晶質合金膜を得る方法が特開昭60-152651号公報により提案され、さらに、J. Appl. Phys. 63(8), 15 April 1988 にFe-B<sub>4</sub>C系分散膜が、J. Appl. Phys. 67(9), 1 May 1990にCo<sub>0.4</sub>Fe<sub>0.4</sub>B<sub>0.2</sub>-SiO<sub>2</sub>系分散膜が高い比抵抗と軟磁気特性を両立するものとして示されている。また、厚い単層膜では良好な軟磁気特性が得られないCo<sub>0.95</sub>Fe<sub>0.05</sub>-BN系分散膜を0.1μm以下の磁性層とすることで軟磁気特性が得られ、この薄い膜を非磁性中間層を挟んで積層することにより厚い膜でも軟磁気特性が得られることが特開平4-142710号公報に示されている。

【0004】 一方、N<sub>2</sub>やO<sub>2</sub>ガスによる反応性スパッタリングにより電気比抵抗の高い非晶質合金膜を得る方法が特開昭54-94428号公報に開示されている。また、薄膜の作成時にN<sub>2</sub>ガスを添加すると、軟磁気特性の改善に効果があることが多くの合金系で見いだされており、例えばIEEE TRANS. ON MAG. MAG-20 1451 (1984)に開示されている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 高周波域で用いられる磁性材料は、電気抵抗と飽和磁化がともに高いことが求められる。また、加工歪みなどによる軟磁気特性の劣下を最小限にするために、素材の磁歪定数ができるだけ零に近いことが望ましい。しかし、従来から報告されているFe/B<sub>4</sub>C系分散膜、Co<sub>0.4</sub>Fe<sub>0.4</sub>B<sub>0.2</sub>/SiO<sub>2</sub>系分散膜はいずれも非晶質相の場合に軟磁気特性が優れていることが示されているが、10-5以上の非常に大きな正磁歪を有していた。一方、零磁歪と高抵抗を両立する目的でCo<sub>0.95</sub>Fe<sub>0.05</sub>/BN系分散膜が開発されたが、この系は0.1μm以上の厚い単層膜では飽和磁界および保磁力が大きく軟磁性を示さなかった。そこで、非磁性層を介して積層することにより軟磁性が得られることが示されているが、このことは反面で膜全体の飽和磁化を減少させることになり、また工程も複雑になるといった問題点を含んでいた。

【0006】 一方、近年、Fe基合金の結晶粒を微細化することにより磁歪定数の小さな軟磁性材料を開発することが盛んに検討されている。例えば、特開平3-112104号公報にはスパッタリングによって作製された非晶質相を結晶化熱処理することにより、ZrやTaの炭化物が分散したFe合金が得られ、飽和磁歪が小さく軟磁気特性にも優れていることが示されている。この合金薄膜にさらにAlを添加することにより100~200μΩcmの比抵抗が得られることが示されているが、高周波域での渦電流損失を抑制するためには充分とは言えず、また高比抵抗のものは飽和磁束密度が小さいという問題点もあった。さらに、これらの薄膜は非晶質合金薄膜を結晶化熱処理する工程を経て使用に供せられるが、この熱処理温度が500℃以上と高温なため、耐熱性のない基板や高温に晒せない素子などには用いることがで

きなかった。

【0007】一方、成膜直後の状態で微細な結晶粒を得るために、NやOを含む雰囲気中でFe基合金を成膜する方法が特開平3-120339号公報などに開示されている。しかし、これらの方法で得られる薄膜の電気比抵抗は高周波域での渦電流損失を抑制し得るほど大きなものではなかった。また、1993年第112回日本金属学会春期大会講演要集p84(143)にはFe-Hf合金をO<sub>2</sub>を含む雰囲気中でスパッタリングすることにより電気比抵抗が高く軟磁気特性に優れた非晶質合金薄膜が作製され得ることが示されているが、磁歪に関する記載はなかった。

【0008】ところで、高周波域で磁芯損失を発生させる大きな原因は、上述したような渦電流損失の他に共鳴損失がある。この共鳴損失は、飽和磁束密度と異方性磁界が高いほど抑制される。この点から、飽和磁束密度の大きなFe基合金は高周波用磁芯として有望であったが、Co基などと比べて異方性磁界を大きくすることが困難であったことから、十分な高周波特性を有する材料は、これまで報告されていなかった。

【0009】以上のように、電気比抵抗が大きく、磁歪が小さく、厚い単層膜でも良好な軟磁気特性を有する高周波用磁性薄膜材料が求められていた。本発明は上記の点に鑑みてなされたもので、高周波域で優れた軟磁気特性を有する電気比抵抗および飽和磁化の大きな一軸磁気異方性薄膜を提供することを目的とする。

【0010】

【課題を解決するための手段及び作用】本発明者らは、上記の事情を鑑みて鋭意努力した結果、酸化物系のセラミクスとbcc-Feとの複合分散膜により、電気比抵抗が高く、磁歪が小さく、かつ0.1μm以上の厚い単層膜でも良好な軟磁気特性が得られることを見いだした。さらに、これらの薄膜を直流磁界のもとで成膜することにより、一軸磁気異方性を付与し得ることを見いだした。この時の異方性磁界は従来のFe系磁性薄膜では考えられないほど大きく、1000eを超えものもあった。これらの膜は、大きな異方性磁界のために自然共鳴周波数が非常に高く、数100MHz以上でも軟磁気特性が劣下しないという優れた特徴を有していることを見だし、本発明に至ったものである。

【0011】

【実施例】以下、従来の複合分散膜などとの比較を加えながら、本発明の実施例を説明する。BN、SiC、SiO<sub>2</sub>などのセラミクスとFe、Fe合金などの金属を同時にスパッタリングして作製される膜には、透過電子顕微鏡などで詳細に観察すると、成膜後そのままの状態特有のネットワーク状の結晶組織が見いだされる。これは金属を主とする非晶質あるいは結晶質のクラスターをセラミックを主とする粒相が覆ったものであり、これらの膜が通常の金属薄膜に比べて2~10<sup>4</sup>倍高い電

気比抵抗を示すのはこの組織が主因となっている。本発明者らはFeとセラミクスの組み合わせが膜の結晶構造や磁気特性に及ぼす影響について詳細に検討した。その結果以下のことが新たに見いだされた。成膜後のクラスターが非晶質である膜は、高電気比抵抗と軟磁性および10<sup>-5</sup>以上の大きな正磁歪を示し、この傾向はセラミクスの種類には依らない。一方、クラスターが結晶質であった場合には、セラミクスの種類が磁気特性に大きく影響する。すなわち、BNやSiCなどの窒化物や炭化物からなる複合分散膜の場合は、成膜した状態で結晶質である膜は軟磁性を示さない。一方、非晶質相を熱処理してクラスターがbcc-Fe相に結晶化した薄膜は軟磁性を示し、結晶化とともに飽和磁歪定数が減少し、10<sup>-6</sup>台に改善されるが、1kOe以上の大きな磁界中で熱処理しても一軸磁気異方性を付与しにくく、そのために高周波特性は充分ではない。例えば、Fe-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>系では非晶質から結晶化する過程で一軸異方性を失う。また、Fe-AlN系薄膜は非晶質でも熱処理後の結晶膜でも共に等方的な膜しか得られない。数10MHz以上の高周波域では一軸磁気異方性は電気比抵抗以上に重大な役割を担う。すなわち、異方性磁界の小さなものは自然共鳴周波数が低く、また異方性磁界の分散も大きくなりやすいために高損失となり高周波域での使用には適さない。

【0012】それに対して、Feと酸化物またはフッ化物からなる複合分散膜は、クラスターがbcc-Fe相となった膜は成膜したままでも良好な軟磁性を示す。以下、Fe-SiO<sub>2</sub>系を例として説明する。SiO<sub>2</sub>が多い膜は、炭化物系や窒化物系と同様に非晶質となり、軟磁気特性を示す。また、SiO<sub>2</sub>が少ない膜は結晶質となるが、それらのうちで主にbcc-Fe相からなる膜は、成膜したままの状態軟磁性を示す。これらの膜の飽和磁歪は、ともに+10<sup>-6</sup>のオーダーで炭化物系や窒化物の非晶質膜に比べて小さく、特にbcc-Feを主相とする膜は+3×10<sup>-6</sup>程度と十分小さい。また、窒化物系や炭化物系とは異なり、これらの膜では成膜中に静磁界を加えることで一軸磁気異方性を容易に付加することができ、このときの異方性磁界は非晶質の膜では150e程度と特に大きなものではないが、bcc-Feを主相とする膜では非常に大きく、1000eを超えるものもある。これほどの大きな飽和磁界が優れた軟磁気特性とともに得られた例はこれまで報告されたことはなかった。この膜の飽和磁束密度は10~18kGと大きいため、理論上の自然共鳴周波数は2GHz以上にもなり、電気比抵抗も100~1000μΩcmと大きい渦電流損失も少なく、非常に高周波特性に優れたものである。このように、bcc-Feを主相とする膜が軟磁性と大きな異方性を示すことは、Fe-SiO<sub>2</sub>系に限られたものではなく、Feと酸化物系あるいはフッ化物系のセラミクスからなる複合分散膜に全般に認

められるものである。本発明は以上の知見によりもたらされたものであり、『一般式  $Fe_{100-x-y-z} M_x N_y L_z$  (原子%) で示され、MはBe, B, Mg, Al, Si, Ca, Ti, Y, Zr, Mo, In, Sn, Cs, Ba, La, Hf, Ta, Bi, Pb, Wのうちから選択される1種または2種以上の元素であり、LはO, Fのうちから選択される1種または2種の元素であり、それぞれの原子比率が、

$$5 \leq x \leq 25$$

$$0 \leq y \leq 15$$

$$15 \leq z \leq 35$$

$$28 \leq x+y+z \leq 50$$

であり、その結晶構造が主にbcc-Fe構造とMの酸化物相あるいはフッ化物相からなり、異方性磁界が25 Oe以上であることを特徴とする高抵抗な軟磁性薄膜。』をその主旨とするものである。

【0013】本発明の薄膜は、金属的な結晶質のクラスターをセラミックを主とする粒界相が覆ったネットワーク構造となっている。XPSなどの状態分析により、この粒界の組成はセラミクスターゲットの組成に強く依存しており、また金属クラスターもFe単体ではなく、セラミクスターゲットから与えられたM元素とFeの合金であることが明らかになっている。すなわち、セラミクスターゲットを変えると、金属クラスター相も粒界相も組成が大きく変化する。しかし、本発明においてはMはBe, B, Mg, Al, Si, Ca, Ti, Y, Zr, Mo, In, Sn, Cs, Ba, La, Hf, Ta, Bi, Pb, Wのうちから選択されるものであれば軟磁気特性を得ることができる。このことは、本発明の薄膜における軟磁気特性の原因を次のように説明すると理解できるであろう。すなわち、高い結晶対称性を有するbcc-Fe相は、セラミクス粒界のネットワーク構造のために粒成長を妨げられて微結晶となっている。適度の大きさの微結晶からなるbcc-Fe合金が、個々の微結晶の磁気異方性がキャンセルされるため軟磁気特性を示すことは、FeNbCuSiB合金などでもよく知られている。本発明の薄膜では、粒界相は主にbcc相を収容する『枠』として働いており、金属相の合金化もbcc相が維持される限りは軟磁気特性が発現すると考えると、組成依存性がないことも理解できる。従って、本発明においては、MとLの組成は主に粒界のネットワーク構造の形成により規定される。ネットワーク構造を作るためには、Mは5原子%以上必要であり、5%未満の場合は軟磁性を得ることができず、25原子%を超えた場合は飽和磁束密度が小さくなりすぎるために好ましくない。LはMの量とその種類により量に変化するが、15原子%未満ではネットワーク構造を作り得ないために好ましくなく、また35原子%を超えると軟磁性が劣下したり高周波域で異常な損失が発生するために好ましくない。一方、クラスターはbcc-Fe構造を維持でき

ていれば他の元素を固溶していても問題はない。このことはセラミクスターゲットの種類を制限しないとともに、FeターゲットをFe合金ターゲットに変えても、軟磁気特性が得られることを示している。実際、FeをCoで置換してもその置換量がbcc構造を維持できる70%以内であれば軟磁気特性が得られ、飽和磁束密度を大きくすることができる。同様の理由により他の元素であってもbcc構造を阻害しない範囲であれば、Feに添加することは本発明の範囲に含まれるものである。一方、本発明において、Nは他の元素にはない非常に重要な作用を及ぼす。その1つとして、Nは非晶質形成元素としても作用するため、25原子%を超える添加で非晶質化することが挙げられる。この場合、飽和磁歪定数が $10^{-5}$ こえる大きなものとなるばかりか、垂直磁気異方性が発生するために軟磁性を失う。また、軟磁性が維持される25原子%以下の範囲で、Nの量が増えるに従って異方性磁界が減少する。そのために、本発明の薄膜では膜中のNの組成により異方性磁界の大きさを制御することができる。高周波帯域では主として回転磁化による磁化過程が支配的であり、その際透磁率は異方性磁界に反比例する。そのため、異方性磁界を適当な大きさに調節できることは非常に有効である。ただしNが15原子%を超えると、等方膜となり、本発明の特徴を失うために適当ではない。本発明において25 Oe以上の大きな軸磁気異方性を得るためには、膜中のN濃度は13原子%以下にすることが好ましい。膜中のNの添加は、窒化物のターゲットを追加しても行なうことができるが、スパッタガスにNを含むガスを加えることによっても調節することができる。本発明において前述したNの添加以外にも、成膜時の基板温度やスパッタ圧、印加磁界などにより異方性磁界を調整することができ、使用する周波数や透磁率を考慮しながら成膜条件を適宜選択すればよい。

【0014】以下、本発明を具体的実施例を用いてさらに詳しく説明する。

【実施例1】直径4インチで純度が99.9%のFe円盤上に、被覆率が30%となるように純度が99.9%のSiO<sub>2</sub>板を扇状に設置した複合ターゲットを、高周波スパッタリングすることによりFe-SiO<sub>2</sub>薄膜を作製した。成膜条件は以下の表-1のように設定した。

【0015】表-1

スパッタ圧力	$1.0 \times 10^{-2}$ Torr
投入電力	90W
基板温度	20℃ (水冷)
基板	コーニング#7059 厚さ0.5mm
膜厚	2.4 μm
スパッタガス流量	Ar 10CCM
印加磁界	1対の永久磁石 (40 Oe)

得られた試料は理学電気社製X線回折装置RAD-3Aにより組織を同定した。結果を図2に示す。2 $\theta$ が44°付近にbcc-Feの(110)面に対応するブロードな回折ピークが観察される。次に、次に日立製作所社製透過電子顕微鏡H-9000 NARで薄膜の微細組織を観察した結果を図3に示す。粒径が約50オングストロームのクラスターと厚さが数オングストロームの粒界からなるネットワーク状の組織が見られ、この薄膜が2相からなることが認められる。さらに、電子線回折図形からこれらはbcc-Fe相とSiO<sub>2</sub>に似た化合物相であることが確認された。膜全体の組成をラザフォード後方散乱法で分析したところ、組成はFe<sub>64</sub>Si<sub>11</sub>O<sub>24</sub>(原子%)であった。次に、アルバックファイ社製X線分光分析装置ESCA-5600により各元素の状態分析を行なった。Si 2pの結合エネルギーのピークプロファイルから、Siには、Feと結合して金属相を形成しているものとOと結合してSiO<sub>x</sub>相を形成しているものの2種類の状態があることがわかった。このように得られた薄膜は、bcc結晶構造となるFeSiを主とする金属相が非晶質的なSiO<sub>x</sub>相により覆われた微細組織であることが確認された。次に、直流磁気特性を理研電子社製試料振動型磁力計BHV-30SSにより測定した。結果を図4に示す。図中の2つのデータは、成膜時の磁界の印加方向に平行(//)、垂直(⊥)に励磁して測定した結果を表わしている。試料は、成膜時に印加した磁界方向が磁化容易軸が平行となる一軸磁気異方性を有しており、その異方性磁界(H<sub>k</sub>)は83 Oeと非常に大きいものであった。試料の保磁力(H<sub>c</sub>)は、容易軸方向(H<sub>oe</sub>)が2.0 Oe、困難軸方向(H<sub>oh</sub>)は0.4 Oeと十分小さく、ヒステリシス曲線の直線性が良いことから異方性分散の少ないものであることがわかる。また、飽和磁束密度(B<sub>s</sub>)も15.2 kGと十分に大きい。この膜の電気比抵抗( $\rho$ )を直流4端子法により測定したところ、285  $\mu\Omega\text{cm}$ と通常の非晶質合金に比べても2~3倍高いものであった。次に、困難軸方向の透磁率の周波数特性を横河ヒューレットパッカード社製ネットワークアナライザ4195Aにより、パラレルライン法で測定した。同方法についての詳細な説明は、日本応用磁気学会誌、Vol. 17, No. 2, p497 (1993)に開示されている。結果を図5に示した。膜がかなり厚いにもかかわらず500MHzまで劣下しない良好な周波数特性を示した。これはこの薄膜が、飽和磁束密度と異方性磁界および電気比抵抗が高く、かつ乱れが少なく均質であることから得られるものである。これらの特性は、日本応用磁気学会誌、Vol. 15, No. 2, p327 (1991)に開示されている方法でB<sub>s</sub>、H<sub>k</sub>、 $\rho$ 、膜厚から求めた理論値に近いものであった。

【0016】次に、この膜の飽和磁歪定数を成瀬科学器械社製光てこ型飽和磁歪測定装置MS-7により100

Oeの磁場下で測定した。今回の測定では、膜のヤング率を実測することが非常に困難であったため、その値としてFeSiB薄帯の $1.2 \times 10^3 \text{ kg/mm}^2$ を採用し計算した。その結果、磁歪は $+3.0 \times 10^{-6}$ と従来のFe基の非晶質合金などに比べると $1/5 \sim 1/10$ の非常に小さな値を示した。

【比較例-1】直径4インチで純度が99.9%のFe円盤上に被覆率が40%となるようにSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>板を扇状に設置した複合ターゲットを用いて高周波スパッタリングすることにより薄膜を作製した。その他の成膜条件は以下の表-2のように設定した。

【0017】表-2

スパッタ圧力	1.0 $\times 10^{-2}$ Torr
投入電力	90W
基板温度	20°C
基板	コーニング#7059 厚さ0.5mm
膜厚	0.8 $\mu\text{m}$
スパッタガス流量	Ar 10CCM
印加磁界	1対の永久磁石 (40 Oe)

得られた薄膜は、図6に示したように実施例-1と同様にbcc-Fe相であった。膜の組成をラザフォード後方散乱法で分析したところ、Fe<sub>65</sub>Si<sub>21</sub>N<sub>14</sub>(原子%)であった。この薄膜のVSMによる直流磁気履歴曲線を図7に示す。試料は保磁力が14 Oeと大きく、軟磁気特性も一軸磁気異方性も示さなかった。なお、100 Oeで磁化が飽和しないため飽和磁歪定数は測定できなかった。

【実施例-2】実施例-1の成膜条件で、スパッタガスにN<sub>2</sub>を添加しながらFe-SiO<sub>2</sub>-N膜を作成した。得られた膜の結晶構造と電磁気特性の測定を実施例-1と同様におこなった。膜の組成分析は、ラザフォード後方散乱法で分析した。膜中のNはN<sub>2</sub>ガス流量比が大きくなるにつれて増大した。膜中のN濃度と異方性磁界H<sub>k</sub>との関係を図1に示す。H<sub>k</sub>はN濃度が増えるに従い減少し、15原子%を超えると等方的になった。

【比較例-2】実施例-2と同様の条件で、スパッタガスのN<sub>2</sub>添加比を10%として膜を作成した。得られた膜のX線回折図形を図8に示す。ラザフォード後方散乱法で分析した膜の組成はFe<sub>49</sub>Si<sub>9</sub>O<sub>15</sub>N<sub>26</sub>(原子%)であった。約40°付近にブロードなハローが見られ、他にピークがないことから非晶質構造であることがわかる。この膜の直流磁気履歴曲線を図9に示す。保磁力は18 Oeで飽和磁界が252 Oeと非常に大きく軟磁気特性は得られなかった。さらにこの膜に600°Cまでの磁界中熱処理を施したが、磁気特性は改善されなかった。

【0018】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば電気抵抗と飽和磁化が共に高い軟磁性薄膜で、高周波特性の

優れた薄膜材料を提供することができる。本発明の薄膜は、その異方性磁界が大きいために共鳴周波数が高く、非常に高い周波数まで良好な特性を維持することができる。また、透磁率の値が異方性磁界まで変化しないことから恒透磁率特性を示し、直流重量特性に優れたものを提供できる。さらに飽和磁歪定数は $10^{-6}$ 台で小さいため、加工歪などの影響を小さなものにすることができ、その工業的意義は大きい。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の合金薄膜において、膜中のN濃度と異方性磁界の関係を示す特性図である。

【図2】本発明の合金薄膜の結晶構造を示すX線回折図

である。

【図3】本発明の合金薄膜の微細構造を示す透過電子顕微鏡の明視野像図である。

【図4】本発明の合金薄膜の直流磁気特性を説明するための特性図である。

【図5】本発明の透磁率の周波数特性を説明するための特性図である。

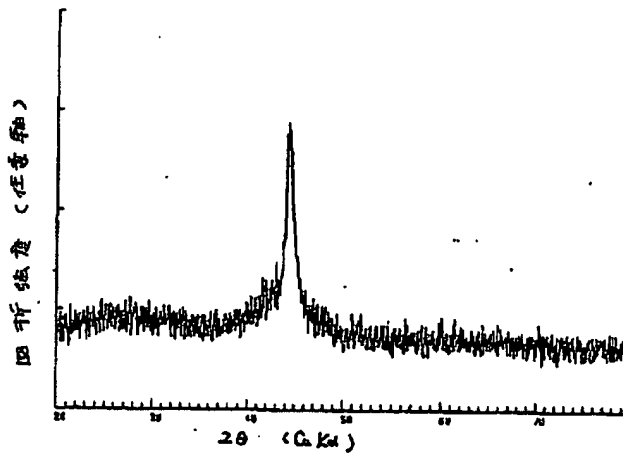
【図6】合金薄膜の結晶構造を示すX線回折図である。

【図7】合金薄膜の直流磁気特性を示す特性図である。

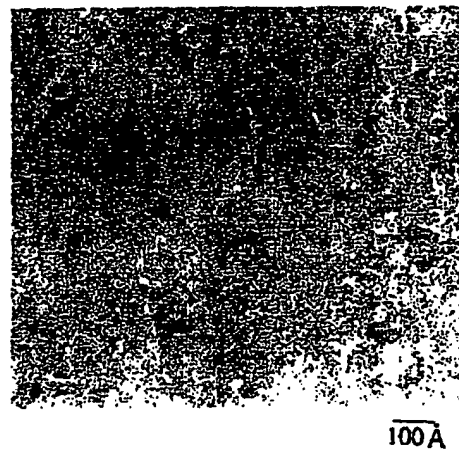
【図8】合金薄膜の結晶構造を示すX線回折図である。

【図9】合金薄膜の直流磁気特性を示す特性図である。

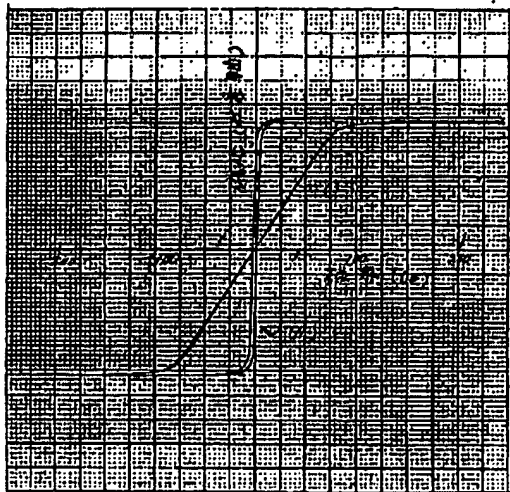
【図1】



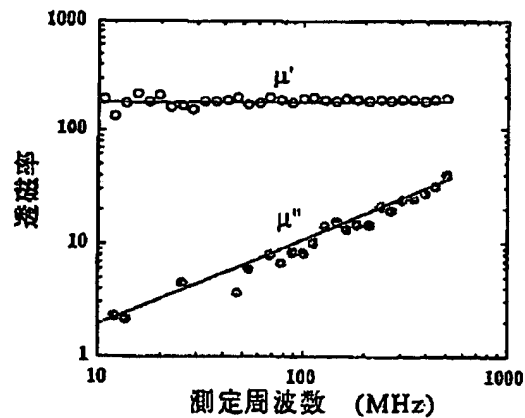
【図2】



【図3】

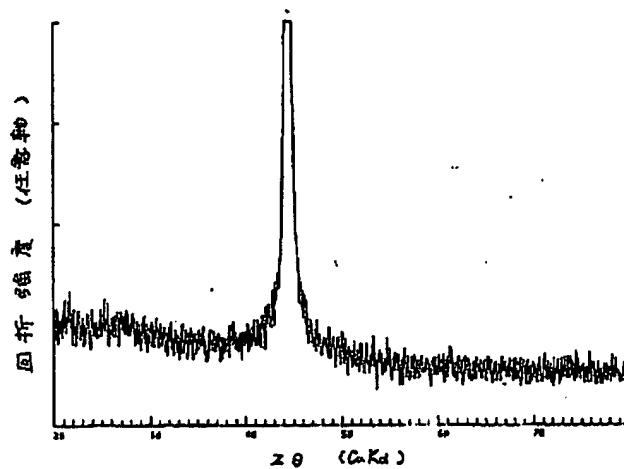


【図4】

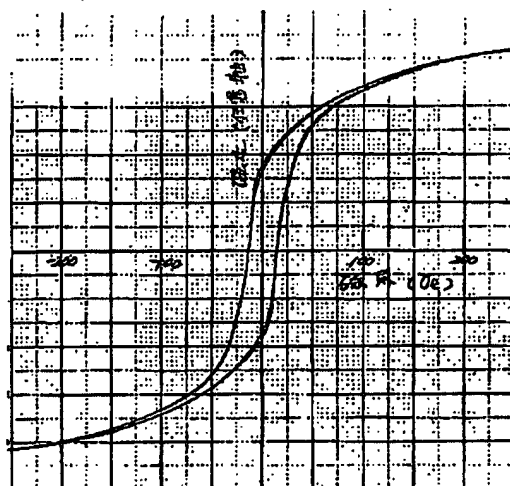




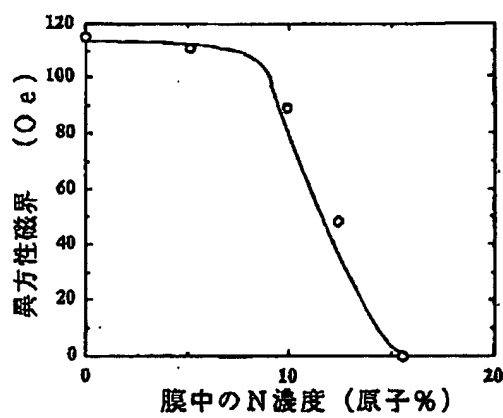
【図5】



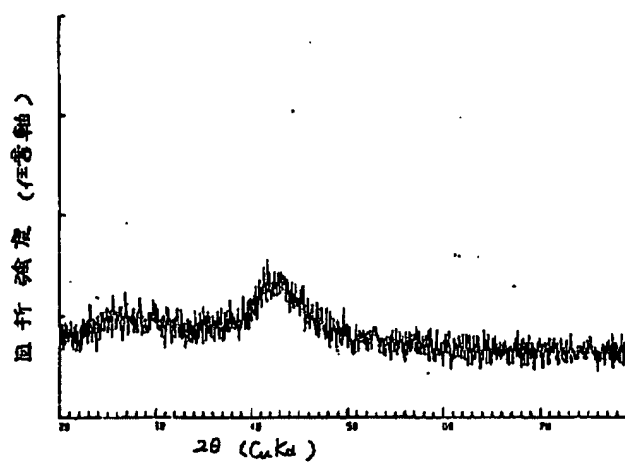
【図6】



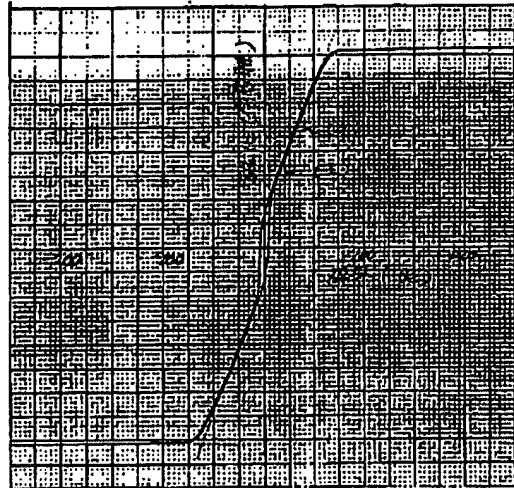
【図7】



【図8】



【図9】



フロントページの続き

(72)発明者 大沼 繁弘

宮城県仙台市青葉区南吉成6丁目6番地の  
3 株式会社アモルフラス・電子デバイス  
研究所内

(72)発明者 松本 文夫

宮城県仙台市青葉区南吉成6丁目6番地の  
3 株式会社アモルフラス・電子デバイス  
研究所内

(72)発明者 藤森 啓安

宮城県仙台市青葉区吉成2丁目20番3号

(72)発明者 増本 健

宮城県仙台市青葉区上杉3丁目8番22号